

R E P U B L I Q U E F R A N C A I S E  
21 JAN 2003

10/522021



REC'D 06 OCT 2003

WIPO

PCT

PCT/FR03/02115

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

BEST AVAILABLE COPY

Fait à Paris, le 10 JUL. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr



INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*02

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 9 W / 010501

REMISE DES PIÈCES DATE 24/07/2002 LIEU 33 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI		Réservé à l'INPI 0209407 24 JUL. 2002		NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE DEPARTEMENT BREVETS 1 & 4 Avenue de Bois Préau 92852 RUEIL MALMAISON CEDEX FRANCE	
Vos références pour ce dossier (facultatif) JPN/MB/ 01/0101					
Confirmation d'un dépôt par télécopie		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes			
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>			
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>			
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>			
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N°		Date	
		N°		Date	
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>		Date	
Demande de brevet initiale		N°		Date	
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCEDE DE TRANSPORT DES PETROLES BRUTS LOURDS SOUS FORME DE DISPERSION					
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date N° Pays ou organisation Date N° Pays ou organisation Date N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			
5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique			
Nom ou dénomination sociale		INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE			
Prénoms					
Forme juridique		Organisme Professionnel			
N° SIREN					
Code APE-NAF					
Domicile ou siège		1 & 4, Avenue de Bois Préau			
		92852 RUEIL MALMAISON CEDEX			
		FRANCE			
Nationalité		Française			
N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)					
<input checked="" type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»					

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE  
page 2/2

BR2

REMISE DES PIÈCES DATE 24/07/2002 LIEU 99 N° D'ENREGISTREMENT 0209407 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	OS 540 5 W / 010201
Vos références pour ce dossier : (facultatif)		JPN/MB / 01/0101	
<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b>			
Nom		ELMALEH	
Prénom		Alfred	
Cabinet ou Société		INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue	1 & 4, Avenue de Bois Préau	
	Code postal et ville	912181512 RUEIL MALMAISON CEDEX	
	Pays	FRANCE	
N° de téléphone (facultatif)		01 47.52.62.72	
N° de télécopie (facultatif)		01 47.52.70.03	
Adresse électronique (facultatif)			
<b>7 INVENTEUR (S)</b>		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé	
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG [ ] [ ] [ ] [ ] [ ]	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		1	
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)  Alfred ELMALEH Chef du Département Brevets		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI  MME BLANCANEUX	



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

**BREVET D'INVENTION**  
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**  
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*02

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**

Page suite N° 1.../1...



REMISE DES PIÈCES DATE 24/07/2002 LIEU 99 N° D'ENREGISTREMENT 0209407 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	
--	--

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 629 0 W / 180601

Vos références pour ce dossier (facultatif)		JPN/MB / 01/0101	
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N°	
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		TOTALFINAELF S.A.	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>	
Code APE-NAF		<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>	
Domicile ou siège	Rue	Avenue Larribau	
	Code postal et ville	64 10 11 18   PAU CEDEX	
	Pays	FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale			
Prénoms			
Forme juridique			
N° SIREN		<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>	
Code APE-NAF		<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>	
Domicile ou siège	Rue		
	Code postal et ville	<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>	
	Pays		
Nationalité			
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>	
Alfred ELMALEH Chef du Département Brevets		MME BLANCANEUX	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI

5        La présente invention concerne le domaine du transport d'effluents visqueux, notamment les bruts dits "lourds", par exemple à cause de leur teneur en asphaltènes.

On connaît des procédés de transport des bruts visqueux qui consistent à fluidifier le brut par chauffage, mélange avec un produit fluidifiant, ou  
10 traitement préalable au transport, par exemple la mise en émulsion aqueuse. Cependant ces techniques sont coûteuses en énergie, ou mettent en œuvre des procédés complexes nécessitant des infrastructures importantes qui pénalisent l'exploitation des gisements.

Dans la présente description, on désigne par "slurry" une suspension, ou  
15 une dispersion, de particules solides dans un liquide pouvant être mis en circulation, notamment par pompage. Ce type d'écoulement en "slurry" est déjà couramment utilisé au cours d'opérations de dragage d'estuaires, de rivières, ainsi que dans l'industrie minière. L'intérêt est de transporter un maximum de déblais solides avec le moins d'énergie de pompage possible. En ce qui concerne  
20 le secteur pétrolier, le transport en "slurry" est employé pour enrichir des carburants fuels avec des particules de charbon et augmenter de cette façon leur pouvoir calorifique. La teneur en solide peut atteindre 60% en masse tout en gardant des propriétés d'écoulement acceptables.

Ainsi, la présente invention concerne un procédé de transport en conduite d'un effluent pétrolier visqueux. Selon l'invention, on effectue les étapes suivantes:

- on sépare l'effluent en au moins une phase solide constituée de  
5 particules provenant des éléments colloïdaux agissant sur la viscosité dudit effluent et en une phase liquide fluidifiée,

- on maintient dispersée une quantité de particules dans ladite phase liquide fluidifiée de façon à obtenir une suspension,

- on fait circuler ladite suspension dans la conduite.

10 L'étape de séparation peut être effectuée par ajout d'une quantité de n-alcane: tel que le butane, pentane, heptane.

On peut retirer les particules de la phase liquide fluidifiée.

Les éléments colloïdaux agissant sur la viscosité peuvent être des asphaltènes.

15 Les particules peuvent être dispersées par mélange mécanique.

On peut contrôler la température de ladite suspension en circulation pour ralentir la dissolution des particules dans l'effluent.

On peut maintenir la température de la suspension inférieure à 40°C.

On peut encapsuler lesdites particules après séparation.

20 On peut modifier chimiquement lesdites particules avant de les disperser dans l'effluent fluidifié.

On peut ajouter un additif dispersant desdites particules.

On peut ajouter une quantité déterminée d'un diluant de ladite phase liquide.

On peut choisir un diluant mauvais solubilisant desdites particules.

Les asphaltènes précipités peuvent être ajoutés en quantité comprise  
5 entre 1 et 30% en masse.

La présente invention sera mieux comprise et ses avantages apparaîtront plus clairement à la lecture de la description suivante d'exemples, nullement limitatifs, illustrés par les figures ci-après annexées,  
10 parmi lesquelles:

- la figure 1 compare des solutions colloïdale et en slurry,
- les figures 2 et 2a montrent l'évolution d'un slurry en fonction du temps,
- les figures 3 et 4 montrent l'influence du cisaillement sur un slurry,
- 15 - les figures 5 et 5a montrent l'influence de la température sur un slurry,
- les figures 6a et 6b montrent l'efficacité de l'encapsulation des asphaltènes.

La présente invention s'applique de préférence aux bruts lourds. Elle  
20 consiste donc à modifier l'organisation structurelle du brut lourd qui se comporte comme une suspension colloïdale visqueuse, pour obtenir une suspension de particules non colloïdales de viscosité plus faible. Les particules concernées par cette transformation sont, dans le cadre d'une réalisation

préférée de la présente invention, les asphaltènes. Les asphaltènes sont des molécules de plus haut poids moléculaire contenues dans certains bruts pétroliers. Elles sont caractérisées par leur forte polarité et la présence de noyaux aromatiques polycondensés. Le recouvrement de ces particules  
5 déployées dans le brut est grandement responsable de la forte viscosité des bruts lourds. Ce recouvrement peut être supprimé en maintenant les asphaltènes sous forme de particules solides précipitées dans le brut. Ce changement de configuration peut être atteint en désasphaltant le brut, puis en dispersant les asphaltènes précipités dans le liquide de base, notamment  
10 sous forte agitation mécanique. Un mode opératoire, nullement limitatif, a été mis au point et il a été vérifié que le changement de morphologie du brut sous forme de suspension qui en résulte, donne bien lieu à une diminution de la viscosité. Le protocole du mode préféré nécessite d'abord un désasphaltage du brut. Des procédés existent déjà pour effectuer cette opération.

15       Avantageusement, selon l'invention, on transporte les particules d'asphaltènes sous forme solide, par le liquide de base du brut dans lequel ces asphaltènes sont dispersés de façon telle que le liquide obtenu soit plus fluide que le brut d'origine. Ainsi, le transport par pompage dans les conduites est facilité jusqu'aux unités de raffinage. Dans ces unités de raffinage, le "slurry"  
20 est soit introduit tel quel dans ces unités de traitements, soit après une phase de séparation des particules solides en suspension, les asphaltènes, ce qui peut simplifier les procédés en aval.



### **Exemple de mode opératoire:**

Les asphaltènes sont précipités à l'aide du pentane suivant la norme américaine ASTM 893-69. Une fois filtrées (à l'aide de fritté de porosité 4) et séchées (à 80°C pendant 2 heures), les particules sont broyées (broyeur  
5 centrifuge à billes Retsch S 1000, 15 minutes à 350 tours/minute) puis tamisées entre 100 et 500 µm.

Pour leur mise en "slurry", ou dispersion, les asphaltènes sont dispersés dans le brut désasphalté avec un agitateur mécanique RW20 IKA, à 1200 tours/minute pendant 20 minutes. La pale d'agitation est choisie pour son haut  
10 pouvoir de cisaillement. Il s'agit d'une pale serpentín de type "nœud papillon" qui permet une excellente dispersion de par la zone de turbulence existant entre ses enroulements. La température de l'échantillon est maintenue à 40°C. Dans chaque cas décrit ci-après, 25 g de produit sont préparés.

### **15 Essai 1 : Comparaison de deux échantillons, l'un sous forme de suspension colloïdale et l'autre sous forme de slurry:**

a) Deux échantillons contenant 10% en masse d'asphaltènes ont été préparés. Les asphaltènes sont introduits dans le même brut désasphalté suivant deux méthodes différentes :

- 20 - l'une avec le mode opératoire décrit précédemment qui aboutit à un produit sous forme de slurry,

- l'autre avec un chauffage à 80°C pendant 1 heure qui aboutit à un produit sous forme de solution colloïdale. Dans ce cas, on retrouve sensiblement la viscosité d'un brut ayant 10% d'asphaltènes.

Les deux échantillons sont ensuite observés dans les mêmes conditions  
5 au microscope optique et leur viscosité est mesurée à l'aide d'un rhéomètre (type AR2000, de géométrie plan-plan, avec un entrefer de 1 mm). Les résultats représentés sur la figure 1 (Viscosité en Pa.s en fonction du gradient de cisaillement G) confirment la différence de morphologie des échantillons : aucune particule n'est visible au microscope optique pour la solution colloïdale  
10 1, alors que le slurry 2 en contient fortement. Les écarts de viscosité  $V$  (Pa.s) des échantillons (135 Pa.s pour la solution colloïdale et 40 Pa.s pour le slurry) démontrent l'intérêt de la mise en slurry des asphaltènes pour diminuer la viscosité des bruts lourds.

b) On compare un brut asphalténique naturel (à 17% d'asphaltènes en  
15 masse) avec un "slurry" obtenu comme précédemment mais comportant 17% en masse d'asphaltène. Pour être comparable, les deux échantillons ont été chauffés à 40°C pendant 20 minutes. Le brut colloïdal a une viscosité de 345 Pa.s, alors que le "slurry" a une viscosité de 95 Pa.s. L'efficacité du procédé est bien démontrée puisque la baisse de viscosité est significative. On peut  
20 noter que la viscosité du slurry dans ce cas est relativement forte pour un transport efficace, aussi une dilution pourrait être nécessaire.

## **Essai 2 : Suivi dans le temps de la dissolution des asphaltènes en suspension dans le slurry:**

Afin d'observer la tenue dans le temps de la morphologie d'un slurry, l'évolution rhéologique et microscopique de l'échantillon contenant 10% d'asphaltènes en slurry est observée sur une période de 146 jours. Pendant cette durée, l'échantillon est laissé au repos, à la température ambiante (20°C) et des prélèvements sont régulièrement effectués. La figure 2 montre l'évolution de la viscosité du slurry 3 en fonction du temps. Les différentes courbes (3 à 8) montrent une redissolution progressive des asphaltènes qui se traduit par une remontée de la viscosité jusqu'à la valeur de la viscosité de la solution colloïdale 9. La figure 2a donne les valeurs de viscosité en fonction du temps  $t$  en jours, et les photographies au microscope optique correspondantes démontrent la dissolution des asphaltènes. Néanmoins cette évolution à la température ambiante est lente, ce qui permet de garder le bénéfice de la diminution de viscosité pour un écoulement en pipeline de plusieurs heures.

## **Essai 3 : Influence du cisaillement sur la dissolution des asphaltènes:**

Le cisaillement subi par le slurry lors de son écoulement en pipeline risque de perturber sa morphologie et d'annihiler trop rapidement la diminution de viscosité engendrée. Afin d'évaluer l'incidence du cisaillement, différents essais ont été réalisés.

Deux échantillons de suspension en "slurry" contenant 10% en masse d'asphaltènes ont été préparés suivant le protocole décrit ci-dessus. L'un est laissé au repos, tandis que l'autre est agité à l'aide d'un agitateur magnétique et d'un barreau aimanté. L'évolution rhéologique (viscosité en Pa.s) et morphologique a été suivie dans les deux cas. Les résultats montrés sur la figure 3 (viscosité en fonction de t en jours) par l'intermédiaire de la courbe 10 qui correspond à un échantillon sous agitation et la courbe 11 qui correspond à un échantillon au repos, ne présentent aucune différence significative entre les deux échantillons.

10 Un autre essai a consisté à laisser un échantillon de suspension en slurry dans le rhéomètre, sous cisaillement contrôlé ( $50 \text{ s}^{-1}$ ) et à enregistrer sa viscosité tout au long de la durée de l'essai, c'est-à-dire une dizaine d'heures h. La figure 4 montre que, dans ces conditions d'essai, on observe aucune augmentation de viscosité V pendant le cisaillement d'une durée d'environ 8  
15 heures.

Ces deux essais prouvent l'absence d'une forte influence de l'écoulement sur la transformation du brut sous forme de suspension "slurry" en suspension colloïdale. On peut noter en outre, que si la configuration en slurry avait été  
20 fortement sensible au cisaillement, elle n'aurait pas pu être réalisée car le mode opératoire de la préparation des échantillons impose un très fort cisaillement.

#### **Essai 4 : Influence de la température sur la dissolution des asphaltènes:**

Après avoir montré que la morphologie en "slurry" du brut est stable à température ambiante ( $T=20^{\circ}\text{C}$ ), on détermine l'influence de la température.

5 Pour contrôler sa tenue à la température, deux échantillons contenant 10% d'asphaltènes ont été préparés suivant le mode opératoire décrit et placés en étuve à  $40^{\circ}\text{C}$  et  $60^{\circ}\text{C}$ . Leur évolution rhéologique et microscopique a été observée. Les résultats de la figure 5 (rapport de la viscosité au temps  $t$  sur la viscosité au temps 0:  $V_t/V_0$ , en fonction du temps  $h$  en heure) montrent qu'une

10 élévation de température favorise fortement la cinétique de dissolution des asphaltènes, la cinétique étant représentée par la pente des droites 12 (à  $40^{\circ}\text{C}$ ) et 13 (à  $60^{\circ}\text{C}$ ). La figure 5a montre l'effet de la température sur un échantillon après 24 heures. La mise en slurry du brut lourd peut nécessiter des précautions supplémentaires, ou traitements spécifiques, pour bloquer, ou

15 ralentir, la dissolution des asphaltènes dans le brut si celui-ci doit être transporté à une température supérieure à  $40^{\circ}\text{C}$ .

#### **Essai 5 : Encapsulation préliminaire des asphaltènes:**

Afin de bloquer la dissolution des asphaltènes pour garantir la stabilité

20 du slurry à la température et de pouvoir, par la suite, augmenter la quantité en asphaltènes introduits en suspension, les asphaltènes peuvent être avantageusement encapsulés avant d'être mélangés au brut. La méthode de coacervation complexe a été employée, par exemple décrite par J. Richard et J-

P Benoît dans "Microencapsulation" - Techniques de l'Ingénieur: Génie des Procédés; J 2 210, 1-20. Le protocole expérimental utilisé est le suivant: deux solutions de 100 ml, l'une contenant 1% de gélatine, l'autre 1% de gomme arabique sont préparées dans de l'eau milli-Q et maintenues à 40°C. Le pH des deux solutions est ajusté à 6,5. Les asphaltènes sont ensuite dispersés dans la solution de gélatine en utilisant un agitateur Heidolph pendant 30 minutes, toujours à 40°C. On utilise une agitation de l'ordre de 700 min<sup>-1</sup>. Celle-ci est ensuite suivi d'une addition goutte à goutte de la solution de gomme arabique (environ 3 ml par minute). Puis le pH du mélange est ajusté à 4,5 à l'aide d'une solution d'acide acétique 10% (volume prédéterminé). Dans le but que les gouttelettes de coacervat puissent se déposer autour des gouttes d'huile, l'agitation est maintenue constante pendant une heure. Enfin, la température du système est abaissée à 8°C pour permettre au coacervat de gélifier. On ajoute 2 ml de glutaraldéhyde et le pH est finalement ajusté à 9 à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium 10% (volume prédéterminé) et le tout est laissé sous agitation à 4500 tours/min pendant 12 heures. Les capsules obtenues sont alors filtrées, lavées à l'eau et au toluène et enfin séchées.

Un échantillon de slurry contenant 10% d'asphaltènes encapsulés, a été préparé et laissé en étuve à 40°C. Sa tenue à la température a été vérifiée par un suivi rhéologique et microscopique. La figure 6a montre la structure de la suspension d'asphaltènes encapsulés après 1 journée et après 36 journées. Les résultats montrent que l'encapsulation a été efficace pour bloquer la dissolution des asphaltènes, la configuration en slurry restant intacte après

plus de 30 jours à la température de 40°C. Une légère remontée de viscosité (de 50 Pa.s à 60 Pa.s) est observée. La figure 6b montre la structure de la suspension d'asphaltènes non encapsulés aux mêmes instants: la structure n'est plus du type suspension, et la viscosité redevient très importante.

5

### **Essai 7 : Inertage des asphaltènes par polymérisation en surface:**

Toujours dans le but de bloquer la solvation des asphaltènes lorsque ceux-ci sont en suspension, on modifie les asphaltènes précipités par de l'acide acrylique. L'acide adsorbé sur les asphaltènes est ensuite polymérisé. Pour ce

10 faire, à 4 grammes d'asphaltènes obtenus par précipitation à l'heptane et séchés pendant deux heures sous vide, on ajoute 4 grammes d'acide acrylique et 4 grammes d'heptane. La suspension est agitée pendant deux heures à température ambiante sous atmosphère inerte (argon). L'acide acrylique en excès est éliminé par filtration et la fraction solide est remise en suspension

15 dans 8 grammes d'heptane. Après ajout de 0,04 g d'azo-bis-isobutyronitrile, la suspension est maintenue 4 heures à 60°C sous agitation, toujours sous atmosphère inerte. Après filtration et lavage à l'heptane, les asphaltènes modifiés sont séchés pendant 2 heures à 80°C. Un slurry (échantillon N°1) composé de 2 grammes d'asphaltènes modifiés et de 18 grammes de brut

20 désasphalté est préparé suivant le mode opératoire déjà décrit. On prépare en parallèle un autre slurry (échantillon N°2) contenant 2 grammes d'asphaltènes non modifiés et 18 grammes de brut désasphalté. Ces deux échantillons de

slurry sont conservés à 80°C et l'évolution de leur viscosité est suivie au cours du temps.

Après une légère augmentation pendant les premières heures de stockage de l'échantillon N°1, la viscosité se stabilise à une valeur qui reste environ trois fois inférieure à celle de l'échantillon N°2 au bout d'une semaine de stockage à 80°C.

Échantillon	Temps de stockage à 80°C (h)			
	0	2	5	170
	Viscosité à 20°C (Pa.s)			
N°1	38	63	75	77
N°2	43	132	194	202

La modification des asphaltènes permet de mieux contrôler leur capacité à être dissous dans le brut désasphalté.

10

### **Essai 8 : Inertage des asphaltènes par modification de surface:**

La modification de la surface des particules d'asphaltènes par des composés oléophobes permet d'inhiber la solvation des asphaltènes. A 25 cm<sup>3</sup> d'acide perfluoroheptanoïque, on ajoute 4 g d'asphaltènes précipités. La suspension est agitée à température ambiante pendant 2 heures. Après filtration et lavage à l'heptane, les asphaltènes sont séchés à 80°C pendant 2 heures.

Un slurry (échantillon N°3) composé de 2 grammes d'asphaltènes modifiés et de 18 grammes de brut désasphalté est préparé suivant le mode opératoire déjà décrit. On prépare en parallèle un slurry (échantillon N°4)

20



contenant 2 grammes d'asphaltènes non modifiés et 18 grammes de brut désasphalté. Ces deux échantillons sont conservés à 80°C et l'évolution de leur viscosité est suivie au cours du temps.

La viscosité de l'échantillon N°3 reste environ deux fois inférieure à celle  
5 de l'échantillon N°4 après une semaine de chauffage à 80°C

Échantillon	Temps de stockage à 80°C (h)			
	0	2	5	170
	Viscosité à 20°C (Pa.s)			
N°3	26	75	103	104
N°4	43	132	194	202

On peut donc nettement améliorer le procédé selon l'invention en traitant les asphaltènes après leur précipitation des bruts.

## REVENDICATIONS

1) Procédé de transport en conduite d'un effluent pétrolier visqueux,  
5 caractérisé en ce que l'on effectue les étapes suivantes:

- on sépare l'effluent en au moins une phase solide constituée de  
particules provenant des éléments colloïdaux agissant sur la viscosité dudit  
effluent et en une phase liquide fluidifiée,

- on maintient dispersée une quantité de particules dans ladite  
10 phase liquide fluidifiée de façon à obtenir une suspension,

- on fait circuler ladite suspension dans la conduite.

2) Procédé selon la revendication 1, dans lequel la séparation est  
effectuée par ajout d'une quantité de n-alcane: tel que le butane, pentane,  
15 heptane.

3) Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, dans lequel on retire les  
particules de la phase liquide fluidifiée.

20 4) Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel  
lesdits éléments sont des asphaltènes.

5) Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel lesdites particules sont dispersées par mélange mécanique.

6) Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel on  
5 contrôle la température de ladite suspension en circulation pour ralentir la dissolution des particules dans l'effluent.

7) Procédé selon la revendication 6, dans lequel on maintient la température de la suspension inférieure à 40°C.

10

8) Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel on encapsule lesdites particules après séparation.

9) Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel on modifie  
15 chimiquement lesdites particules avant de les disperser dans l'effluent fluidifié.

10) Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel on ajoute un additif dispersant desdites particules.

20

11) Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel on ajoute une quantité déterminée d'un diluant de ladite phase liquide.

12) Procédé selon la revendication 11, dans lequel on choisit un diluant mauvais solubilisant desdites particules.

13) Procédé selon l'une des revendications 2 à 12, dans lequel les  
5 asphaltènes précipités sont ajoutés en quantité comprise entre 1 et 30% en masse.

1/4

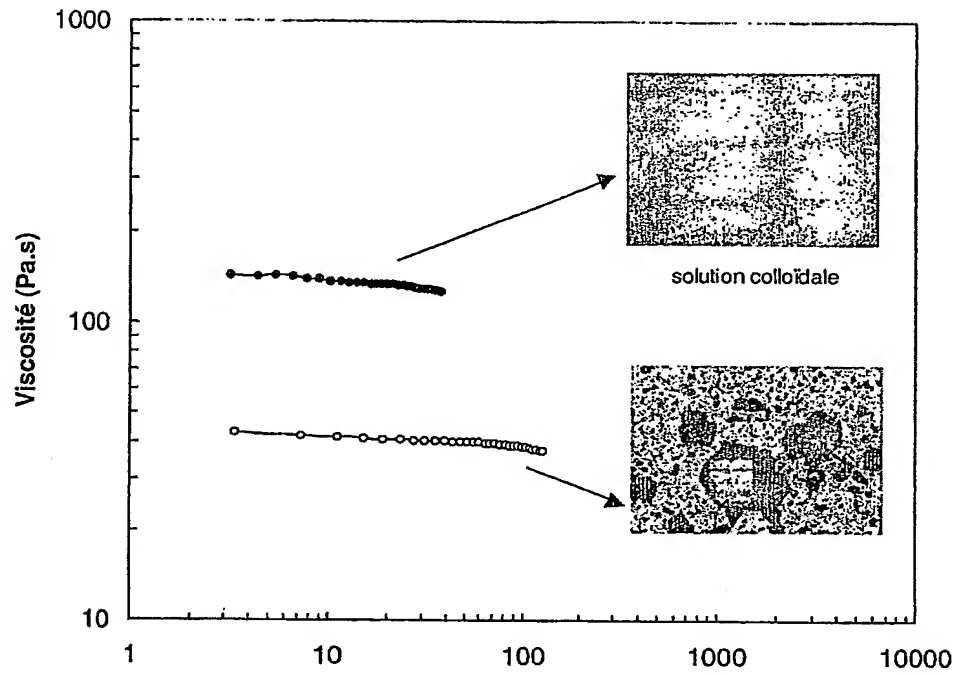


Figure.1

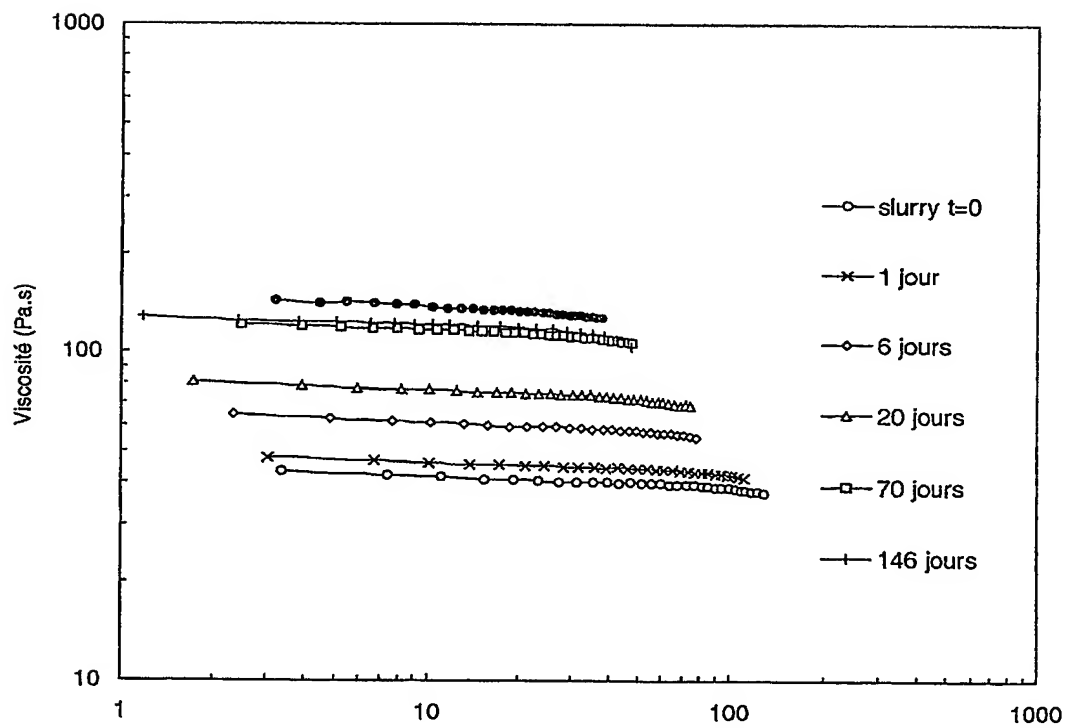


Figure 2

2/4



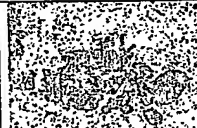


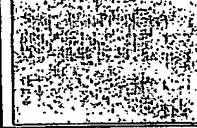
					
40 Pa.s	45 Pa.s	60 Pa.s	75 Pa.s	120 Pa.s	123 Pa.s
t=0	t=1	t=6	t=20	t=70	t=146

Figure 2a

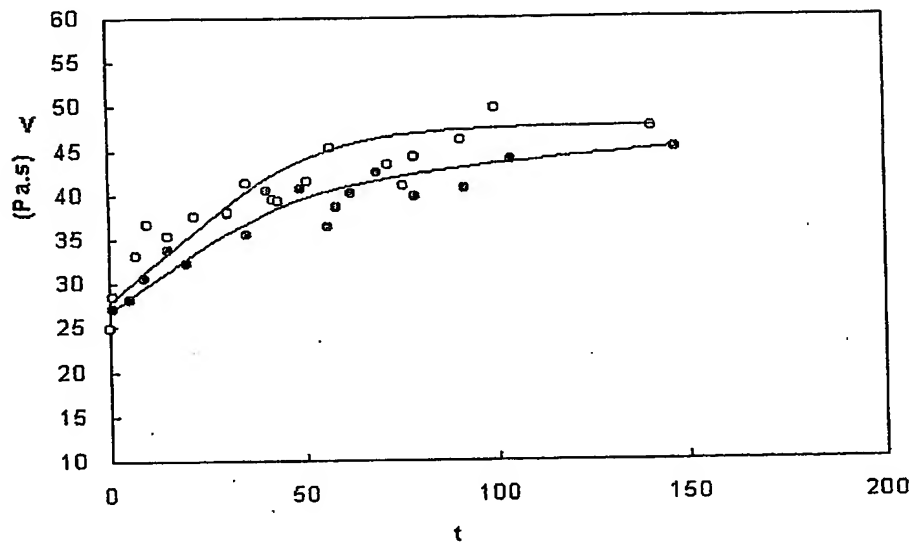


Figure 3

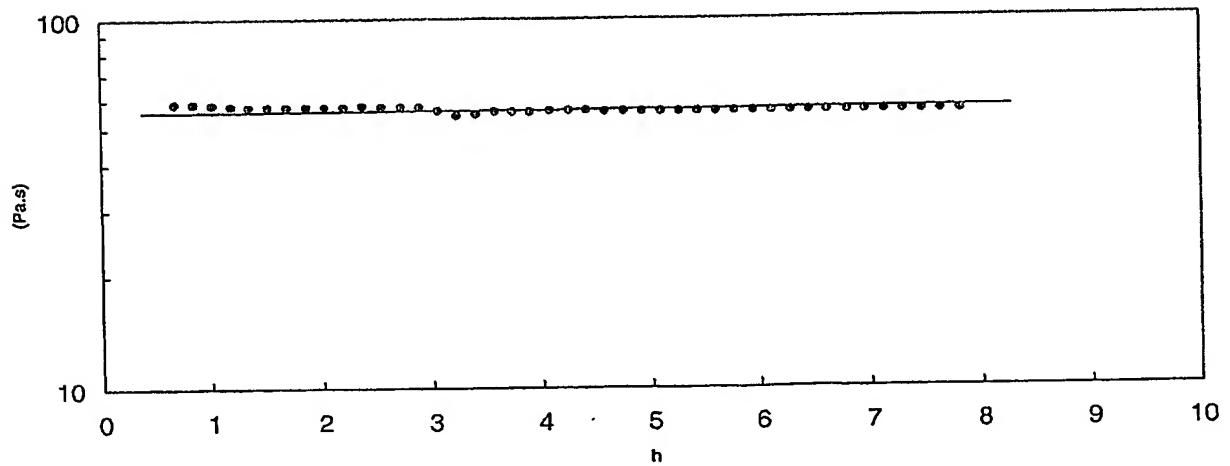


Figure 4

3/4

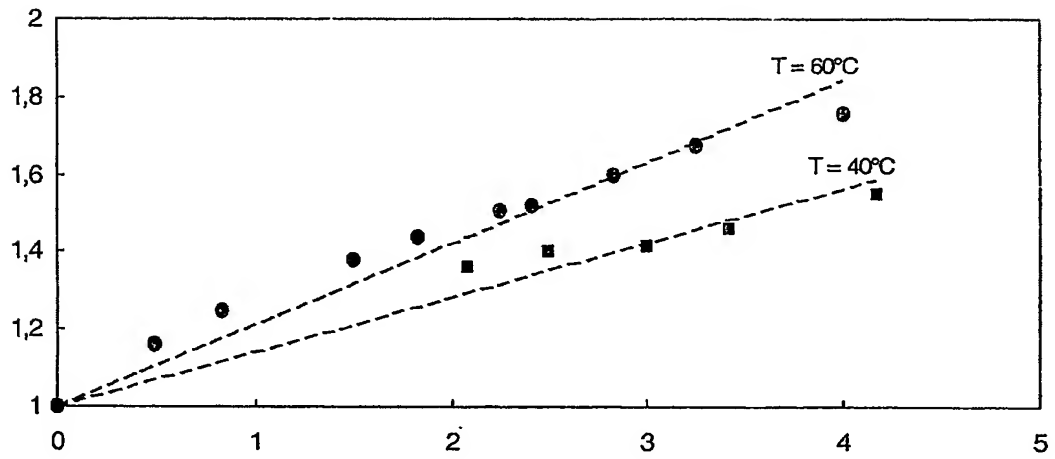


Figure 5

T (°C)	20°C	40°C	60°C
t=24 (h)			

Figure 5a

4/4

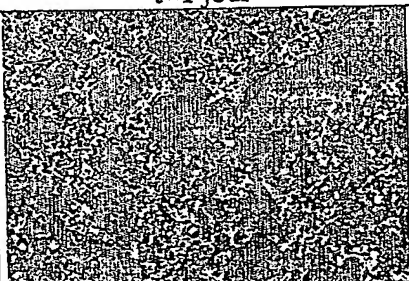
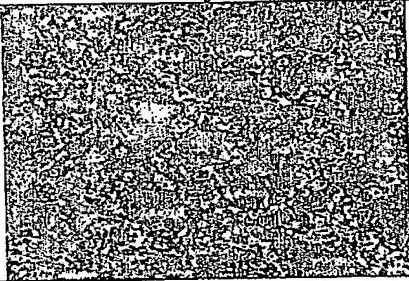
	t=1 jour	t=36 jours
		
V (Pa.s) à 20°C	50	60

Figure 6a

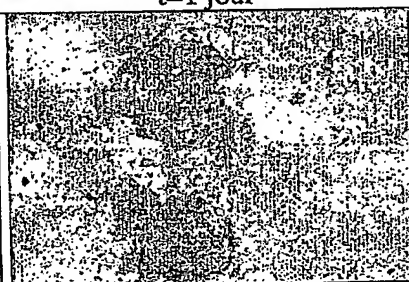

	t=1 jour	t=36 jours <sup>a</sup>
		
V (Pa.s) à 20°C	54	126

Figure 6b





## BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

  
N° 11235\*03

## DÉPARTEMENT DES BREVETS

 26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
 75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../1..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

03 113 07 270601

Vos références pour ce dossier (facultatif)		JPN/MB / 01/0101
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0209407
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
PROCEDE DE T RANSPORT DES PETROLES BRUTS LOURDS SOUS FORME DE DISPERSION		
LE(S) DEMANDEUR(S) :		
INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE		
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :		
1	Nom	ARGILLIER
	Prénoms	Jean-François
Adresse	Rue	4 square de l'Hippodrome
	Code postal et ville	9122101 SAINT CLOUD, FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)		
2	Nom	HENAUT
	Prénoms	Isabelle
Adresse	Rue	56 rue Sophie Rodrigues
	Code postal et ville	91215010 RUEIL MALMAISON, FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)		
3	Nom	GATEAU
	Prénoms	Patrick
Adresse	Rue	15 rue des Iles Glénan
	Code postal et ville	71813101 MAUREPAS, FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		
Alfred ELMALEH Chef du Département Brevets		

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**